

岛津气相色谱仪

GC-2014C硬件基本操作



目 录

仪 器 操 作.....	1
进样口压力及流量的设定.....	1
柱温的设定.....	3
进样口温度设定.....	4
检测器参数设定.....	5
仪器工作状态监视.....	8
功能键.....	10
仪 器 维 护.....	13
进样垫.....	13
衬管.....	16
石英棉.....	18
毛细柱安装.....	19
常 见 问 题.....	21

仪器操作

打开气源，调节减压阀使气体输出压力达到以下要求

He N₂ Ar 为载气时 0.7~0.9MPa

H₂ 为载气时 0.3~0.5MPa

当检测器为 FID、FTD、FPD 时还需使用 H₂ 和空气

H₂ 输出压力 0.2~0.5MPa

空气输出压力 0.3~0.5MPa

调节**初压表** (PRIMARY)

按**初压调节阀**使**初压表**达到以下压力

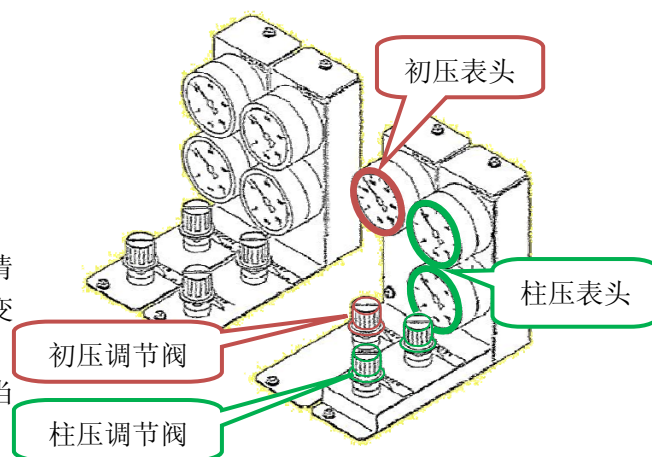
He N₂ Ar 为载气时 600kPa

H₂ 为载气时 300kPa

确认**柱头压力**值

确认**柱头压力表**显示值与分析条件值一致。通常情况下当分析条件确定后，一般仅作参考，不要随意改变压力值，以免影响出峰时间。

必须要调整柱头压力时，请使用相应的调节阀。当使用填充柱时**柱压表头**显示与阀的调整有一定的时差，调节后须稍等片刻，等待压力平衡。

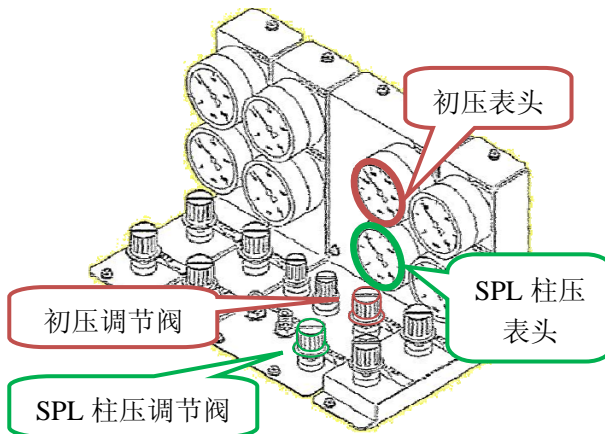


填充柱流量控制器

SPL 柱压常用值

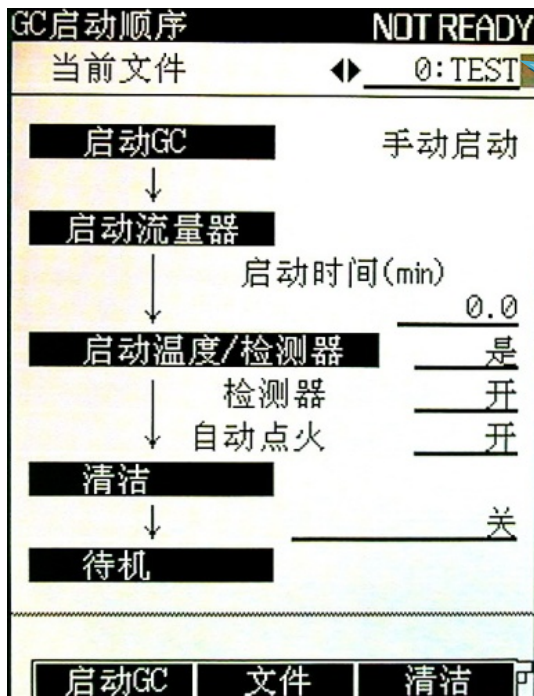
内径	长度	
	30m	60m
0.25mm	130kPa	250kPa
0.32mm	100kPa	200kPa
0.53mm	50kPa	100kPa

注：SPL 柱压表头指针应尽量在刻度上，以便条件再现



SPL 流量控制器

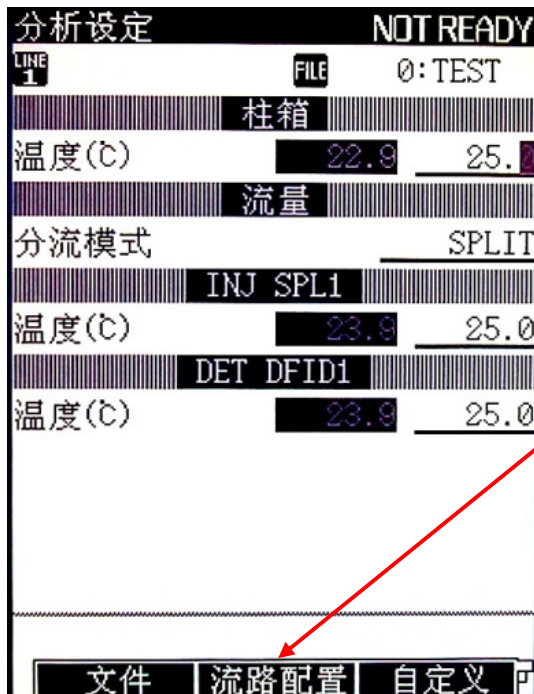
仪器电源打开后经过自检出现以下画面（默认设定时）



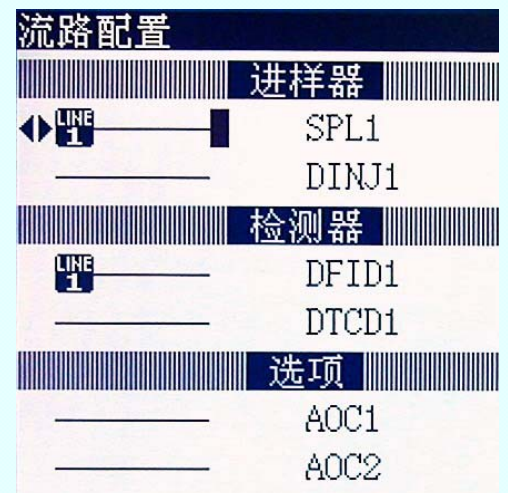
方法一、可按左右键选择方法文件并按 [Enter] 键确认，当需变更方法文件中的仪器参数时，请选选择该方法文件，再改变仪器参数，变更后的仪器参数将自动保存。

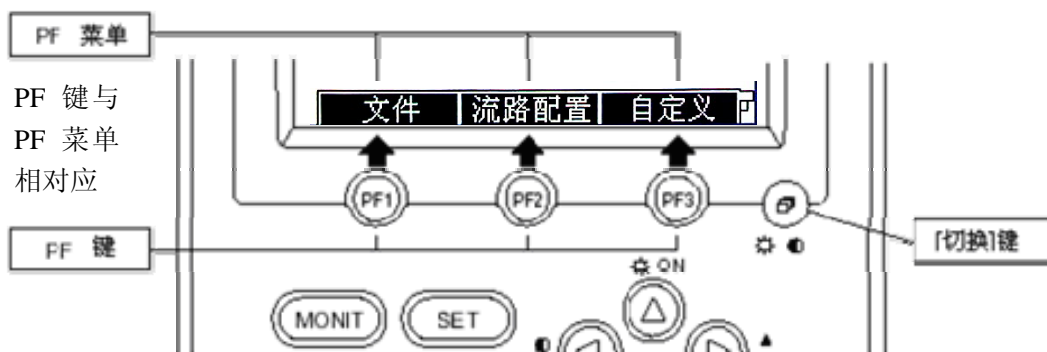
注：由于仪器没有撤消更改的功能，一但有参数设错，只能重新输入此参数。

方法二、按 [SET] 键 出现以下画面输入常用参数



当使用的进样口或检测器发生变化时按 [PF2]（流路配置）进行变更，出现以下画面时，在光标位置按左右键选择部件所在的流路，并按[Enter]键确认





当需要进行详细的参数设定时先配置好需使用的部件然后按 [COL]、[FLOW]、[INJ]、[DET]进行具体参数设置。

柱温的设定

在 GC 上按 [COL] 键出现以下画面，输入适当参数

色谱柱 NOT READY

色谱柱 FILE 0: TEST

温度监视(℃)

温度控制程序总计(min) 29.00

速度(%)	温度(℃)	时间(min)
初始化-----	50.0	2.00
1阶 10.00	220.0	10.00
2阶 EN		

平衡时间(min) 3.0

删除行 插入行 ---

实际柱温显示

柱温条件设定

平衡时间：当所有设定条件都满足后，再等待的时间，到后仪器 STATUS 灯显示绿色

进样口温度设定

按 [INJ] 可进入进样口温度设定

进样口的名称

进样口所处的流路的编号,不在流路中的进样口可设定温度,但进样口不会加热

当前所使用的文件
当前所有更改都记录在该文件中

进样口温度设定

切换到下一个进样口
当多次按 [INJ] 键也可切换进样口设定页

进样口	CAR1	NOT READY
SPL1	LINE 1	FILE 0: TEST
温度 (c)	测定值	设定值
		25.0

进样口 CAR

DINJ1 FIL

3ml

打印 | 下个INJ

检测器参数设定

按 [DET] 键进入检测器设定画面

DFID 检测器参数设定

检测器	DET #2	NOT READY
DFID1	LINE 1	开
温度(℃)	24.0	250.0
火焰		关
滤波器时间常数		500ms
控制模式	◀▶	单右

信号输出口		Ch1
背景保存		关
背景补偿		关
检测器信号差减		关
信号衰减		x1
模拟信号类型		宽量程

点火	---	点火设定

检测器的开关选择

检测器温度设定

需高于柱温所使用的最终温度 10 度以上

信号输出通道

当使用模拟信号输出时设定 CH1 或 CH2 与仪器的信号输出线位置相对应

模拟信号类型及灵敏度设定
直线性

信号范围 ◀▶ $\times 10^{-1}$
模拟信号类型 直线性

信号采集用 C-R6A 或国产工作站时设定，此时通过信号范围调整输出信号大小

宽量程

信号衰减 ◀▶ $\times 2^{-2}$
模拟信号类型 宽量程

信号采集用 C-R7A、C-R8A、CBM 时设定，此时通过信号衰减调整输出信号大小

检测器点火当检测器处于（开）的状态，同时氢气、空气也已经打开并调节到所需压力时按 [PF1] 点火，**使用氢气发生器最好先排空管路中的残余空气，以免点火困难影响点火线圈寿命。**

FID 使用毛细柱时用气推荐值

氢气	55 kPa	(大约 40 ml/min)
空气	40 kPa	(大约 400 ml/min)
尾吹气		(大约 30 ml/min)

检测器	DET #2	NOT READY
DFID1	LINE 1	关
温度(C)	24.0	25.0
火焰		关
信号极性		◀ - ▶
滤波器时间常数		500ms
控制模式		双

信号输出口		Ch1
背景保存		关
背景补偿		关
检测器信号差减		关
信号衰减		×1
模拟信号类型		宽量程

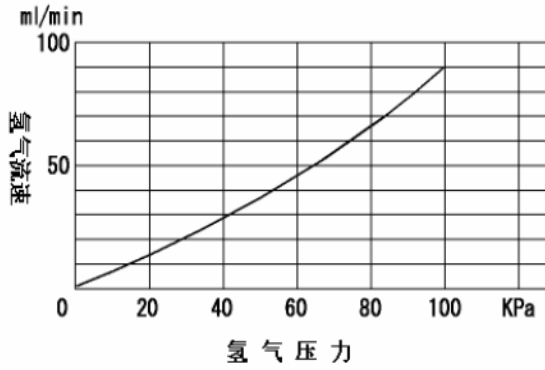
点火	---	点火设定

信号极性
 仅在控制方式为（双）时显示
 + （输出信号=左侧信号-右侧信号）

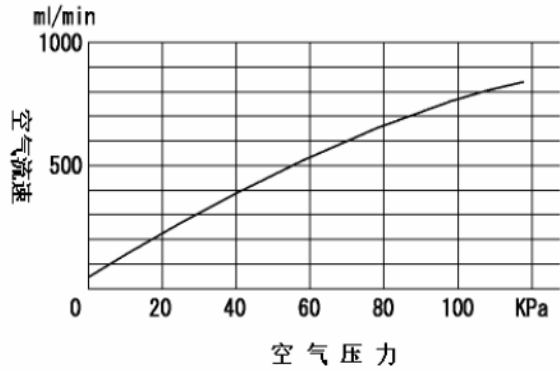
控制方式
 双 为双路使用
 单左 仅使用左侧 FID
 单右 仅使用右侧 FID

检测器点火设定
点火设定
 自动再点火 ▶ 关

自动再点火选项通常设定为关，这主要是因为仪器熄火是有一定客观因素造成的，未排除之前，反复点火会造成点火线圈损坏。



(a) 氢气



(b) 空气

TCD 检测器参数设定

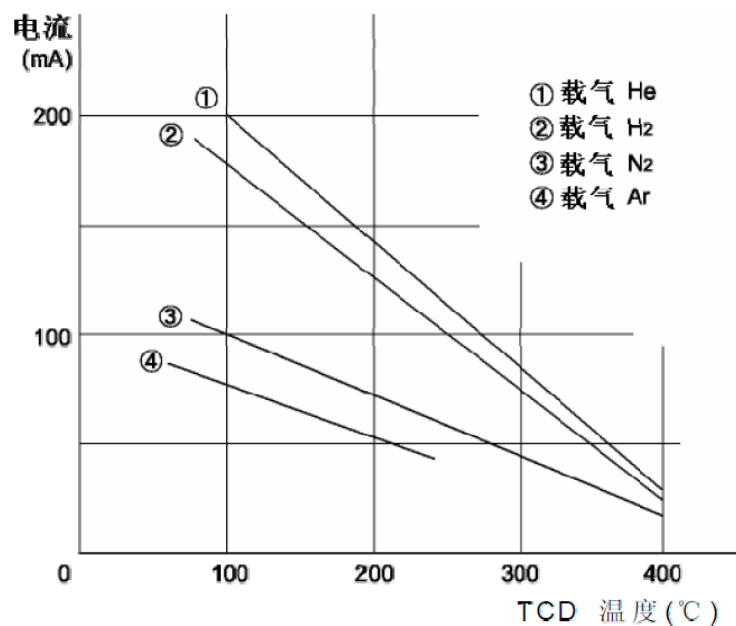
检测器	DET #3	NOT READY
DTCD1		◀_开
温度(℃)	24.0	250.0
温度(℃)	23.5	250.0
信号极性		+
电流		20
滤波器时间常数		1s

TCD有两个温度设定，
一个为 TCD 入口预热
另一个为 TCD 池温度

TCD 极性
当出现负峰时可通过
极性切换使峰变正

TCD 电流(mA)
TCD 可使用的电流与
TCD 的温度及使用
的气体种类有关，关系如
下图

注:当检测未被配置在分析流路中时,检测器实际电流为 0 与检测器的开关状态无关



在主监视画面中选择（温度监视）可得到如下画面

温度监视		NOT READY	
		测定值	设定值
色谱柱	温度(℃)	50.0	50.0
<u>SPL1</u>	温度(℃)	100.0	100.0
DINJ1	温度(℃)	25.0	25.0
<u>DFID1</u>	温度(℃)	150.0	150.0
DTC1	温度(℃)	25.0	150.0

带下划线的部件为当前流路正在使用

← 返回 | 流量监视

功能键

按下[FUNC]键出现以下画面，选择 **6 GC 配置**

功能

- ① 时间方案
- ② 批处理
- ③ 时间程序
- ④ 预处理
- ⑤ 直接操作
- ⑥ GC配置**
- ⑦ 服务/维护
- ⑧ 秒表
- ⑨ 锁定

功能选择

Version

GC配置

- ① 日期/时间设定**
- ② 最高使用温度设定
- ③ 传输参数设定
- ④ 准备就绪检查设定
- ⑤ 信号设定
- ⑥ 端口名称自定义
- ⑦ 连接设备编码
- ⑧ 温度偏移校准
- ⑨ 其他配置

功能选择

← 返回



GC Configuration 第一项时间设定

日期/时间设定

2008.04.09三 11:03:02 当前时间

· 日期 [yyyy.mm.dd]
 2008. 4. 9

· 时间 [hh:mm:ss]
 11: 3: 2

← 返回

GC Configuration 第二项最高温度设定

最高使用温度设定

色谱柱	最高温度	最高温度
SPL1	LINE 1 最高温度	420.0
DINJ1	最高温度	420.0
DFID1	LINE 1 最高温度	420.0
DTCD1	最高温度	420.0
AUX3	最高温度	-----
AUX4	最高温度	-----
AUX5	最高温度	-----

← 返回 | 防止污染

色谱柱能承受的最高温度，此项设定过高，可能在误操作时损坏色谱柱

各部件的最高温度设定

GC 配置 第九项 其他配置设定

其他配置

语言	Alt.
背景灯自动关闭(sec)	0
压力单位	kPa
提示音音量	小
提示音音调	高
大气压补偿	关
就绪后调零	开
就绪极性	打开
DTCD1 放大器	x1
GC启动后	SYSTEM键屏幕

← 返回

仪器显示语言设定可按左右键选择
英语 (English) 或中文 (ALT.)

仪器显示屏保护设定, 建议设为 300 秒. 设 0 时
为不自动关闭背景灯

开: 仪器显示准备就绪后检测器自动校零
关: 仪器显示准备就绪后检测器不自动校零

TCD 检测器的信号放大倍数, 可选 ×1 或 ×10

此项用于设定, 仪器启动后屏幕显示的内容
可选 SYSTEM 键屏幕 或 SET 键屏幕 或
MONIT 键屏幕

当使用皂膜流量计时, 可通过仪器内的秒表来计算流量。先按下 **FUNC** 键

功能

1 时间方案	停止计时	2008.04.09三 11:09:41
2 批处理		
3 时间程序		
4 预处理	经过时间 [hh:mm:ss.s]	
5 直接操作		00:00:00.0
6 GC配置	倒数 (/min)	停止计时
7 服务/维护		2008.04.09三 11:09:47
8 秒表	经过时间 [hh:mm:ss.s]	
9 锁定	倒数 (/min)	00:00:03.5

功能选择

Version

← 返回 开始

按下 **PF2** 开始计时

← 返回 停止

按下 **PF2** 停止计时

← 返回 开始

此处显示的是
时间的倒数乘
以皂膜移动的
体积, 即为气体
的流量

选择 8 秒表进
入秒表功能

按下 **PF2**
开始计时

按下 **PF2**
停止计时

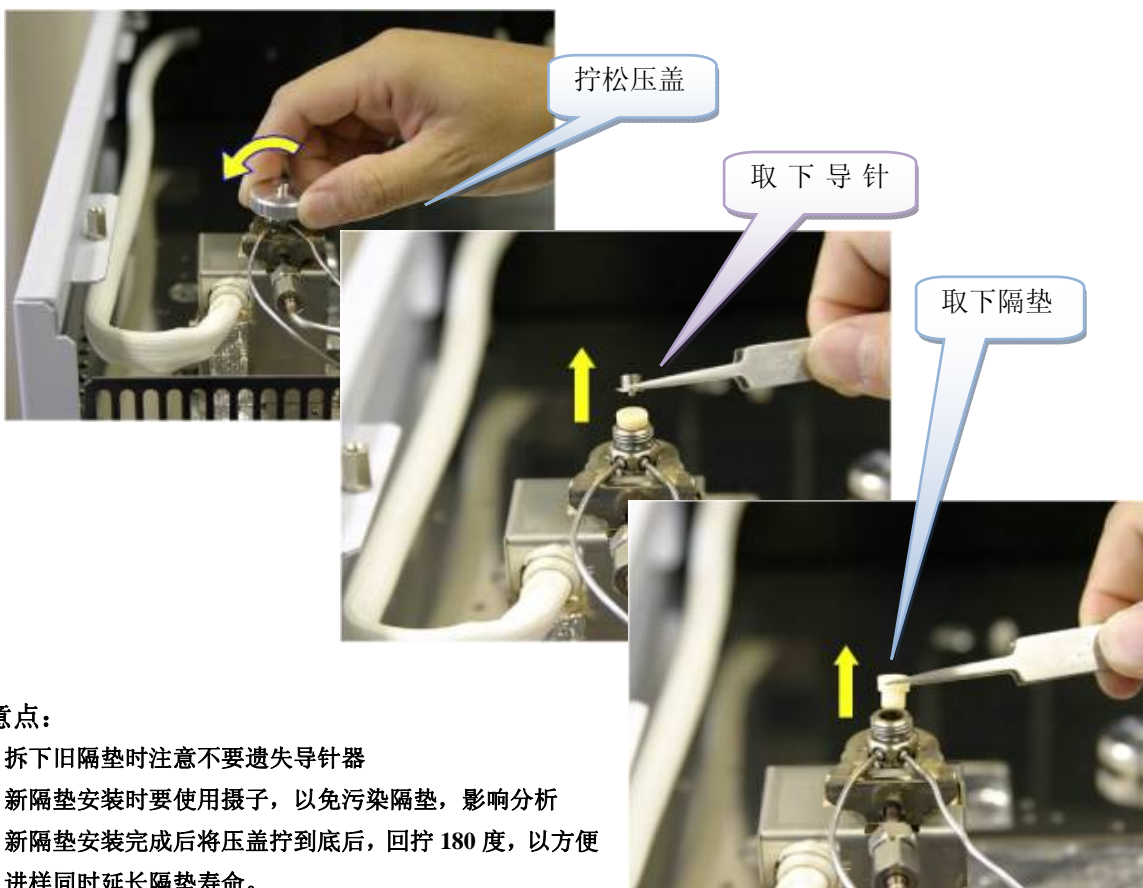
仪器维护

进样垫

进样垫为常用消耗品，一般使用次数为 100 次，当使用的进样针针头较粗时或较钝时会减少进样垫的使用次数。



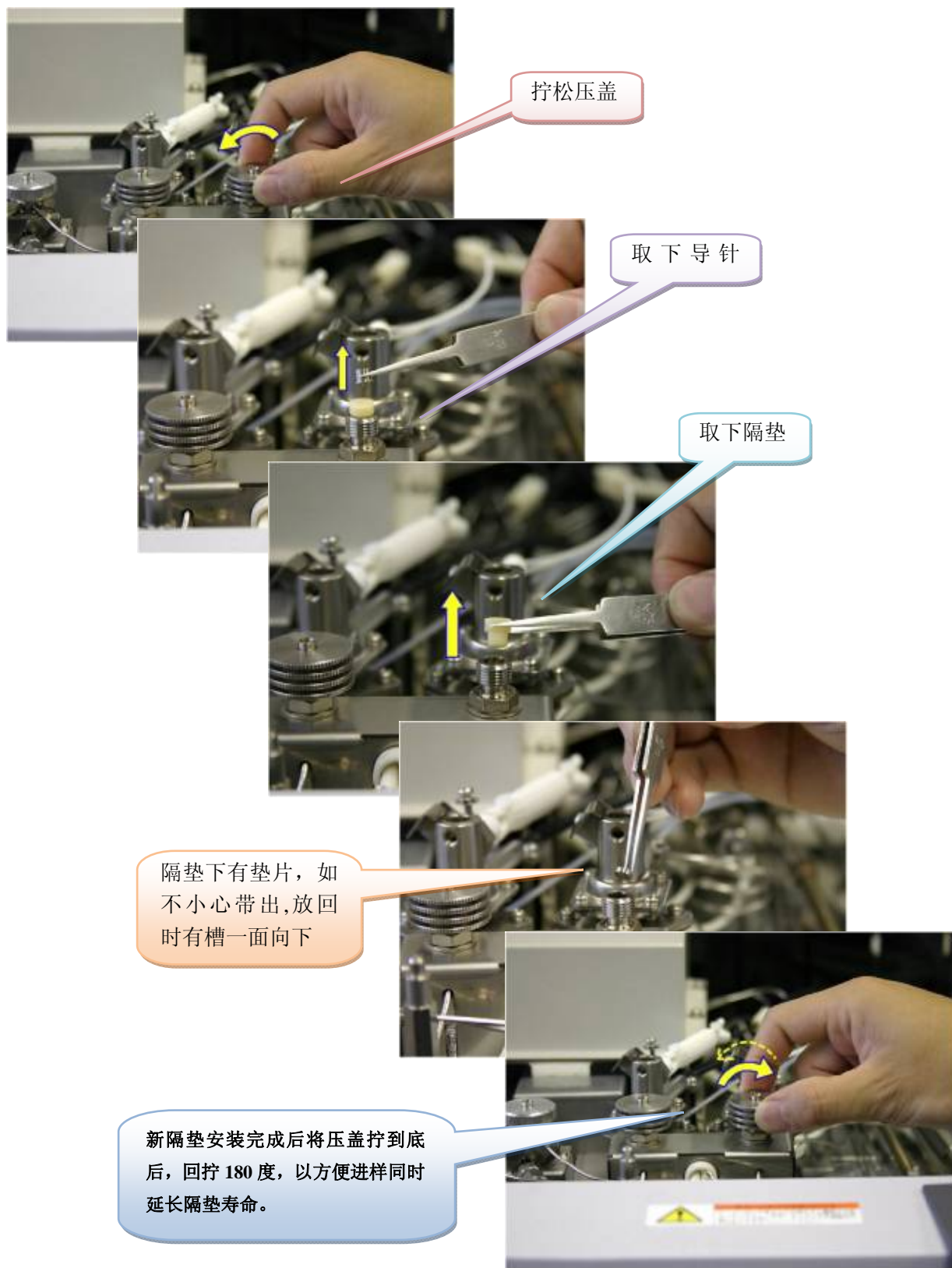
分流进样口更换隔垫（以下为移除隔垫的过程，安装次序反转即可）



注意点:

1. 拆下旧隔垫时注意不要遗失导针器
2. 新隔垫安装时要使用镊子，以免污染隔垫，影响分析
3. 新隔垫安装完成后将压盖拧到底后，回拧 180 度，以方便进样同时延长隔垫寿命。

填充柱进样口进样隔垫更换



隔垫计数器清零

按屏幕上方 **DIAG** 键进入对话窗口,选择 **3 分析次数** 显示以下画面

分析次数计数器

SPL1 LINE 1

AOC等待 ◀▶ No

垫圈数量

使用计数器 Yes

分析次数 0

设定警告值 100

注入次数

使用计数器 Yes

分析次数 0

设定警告值 100

←返回 重新设置 下个

是否使用隔垫计数器

隔垫报警次数,设 0 为不报警。当光标处于此位置时按 **PF2** (重新设置) 可将隔垫计数器置零

是否使用衬管计数器

衬管报警次数,设 0 为不报警。当光标处于此位置时按 **PF2** (重新设置) 可将衬管计数器置零

分析次数计数器

DINJ1

AOC等待 ◀▶ No

垫圈数量

使用计数器 Yes

分析次数 0

设定警告值 100

注入次数

使用计数器 Yes

分析次数 0

设定警告值 100

←返回 重新设置 下个

当使用双INJ (DINJ)时,

DUAL(双模式): 当检测器(DFID, DTCD)信号极性为+时显示左进样口计数的值. 当检测器(DFID, DTCD)信号极性为-时显示右进样口计数的值.

Single(单模式): 选择的进样口(左或右)的值被计数.

衬管

如果保留时间漂移或重现性变差如果检测到鬼峰出现上述问题时有可能是石英棉的位置移动了或变脏了或可能是玻璃衬管脏了



221-41444 分流用 未惰性处理



221-48335-01 不分流用 未惰性处理

以下衬管主要作农残分析或吸附性强的样品



221-48876-04 不分流用 惰性处理

221-48876-05 不分流用 惰性处理(5 根/包)



221-48876 不分流用 惰性处理

221-48876-02 不分流用 惰性处理(5 根/包)

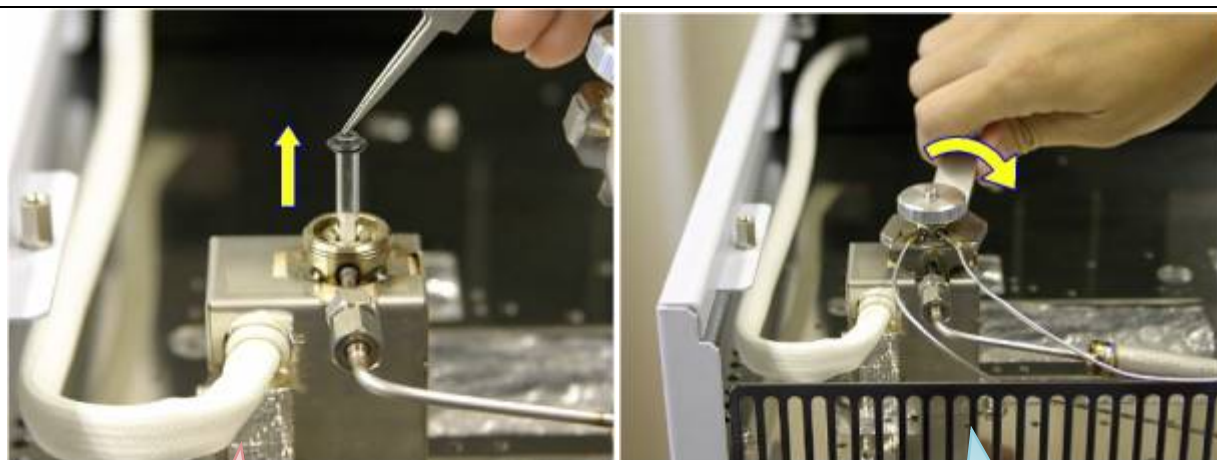
分流进样口衬管更换



用专用扳手拧松螺母



移开上盖时注意，先要垂直提起以防衬管跟出折断取出 O 型圈及衬管



更换衬管，重新安装

用手将螺母拧到底，用专用扳手再拧 40 度即可

进样口其它常用消耗品

氟橡胶 O 形环 (5 个)	036-11203-84	标准(最高 450℃)
石墨 O 形环(无分流/WBI)(4 个)	221-47222-91	用于高温 (350℃ 到 450℃)
石墨 O 形环 (分流)(4 个)	221-48393-91	用于高温 (350℃ 到 450℃)

石英棉(2g)	201-48600	填充在玻璃衬管中
---------	-----------	----------

分子筛过滤器	221-34121-94	用于除去载气中的杂质
捕集管 (分流流路)	221-42559-92	分流流路样品捕集管 2~4 支/年
捕集管 (吹扫流路)	221-42559-92	隔垫吹扫流路捕集管 1 支/年
铝垫片	201-35183	用于管接头

石英棉

装填石英棉:

通常要在玻璃衬管内装填一定量的石英棉，用于充分混匀汽化样品并防止难挥发的化合物污染毛细柱。

石英棉的装填量:

分流和不分流进样系统采用不同类型的玻璃衬管，应根据情况选择正确的衬管。

分流方式: 10mg

无分流方式/WBI: 2mg

注意:

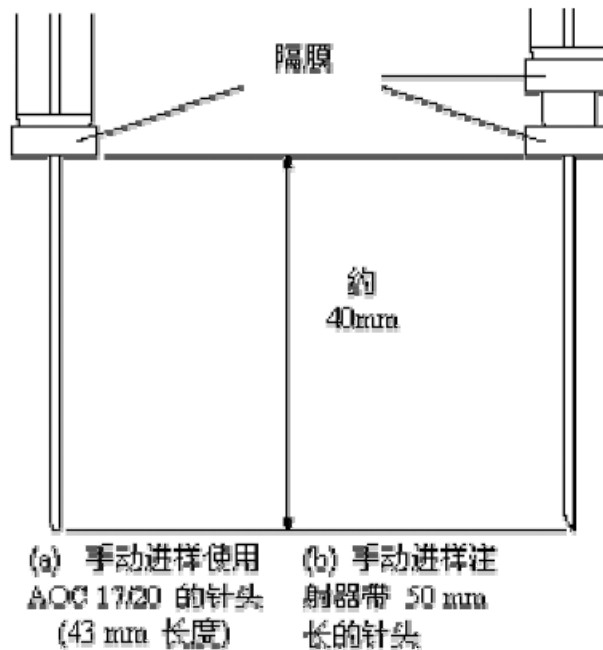
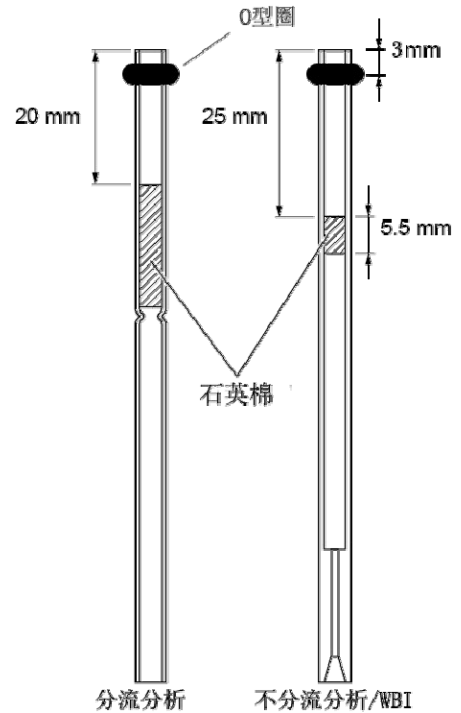
- (1) 对于高吸附性样品，例如农药，减少石英棉的装填量会得到更好的分析结果。
- (2) 对于高汽化热的溶剂，例如水，增大石英棉的装填量会得到更好的分析结果。

石英棉的装填位置

石英棉应位于进样针下方1~2mm处，太近或太远都会造成分析结果的重现性变差。

上图石英棉的位置是在使用自动进样器AOC-20i 的场合

在手动进样时针头往往比用自动进样器进样插的深在手动进样时可以不改变石英棉的位置而是在针头上放一个进样垫这样缩短针头长度到约 40 mm(或者手动进样时改变石英棉的位置)



毛细柱的安装

在毛细柱两端安装石墨压环

用所配的压环安装夹具将石墨压环装到毛细柱的两端，压环安装夹具上标有“S”或“F”等表明其是进样口还是检测器端的压环安装夹具。

S：用于测量分流/无分流进样口（SPL）端石墨压环的位置；

F：用于测量FID/FTD 检测器端石墨压环的位置。

T：用于测量TCD 检测器端石墨压环的位置。

E：用于测量ECD 检测器端石墨压环的位置。

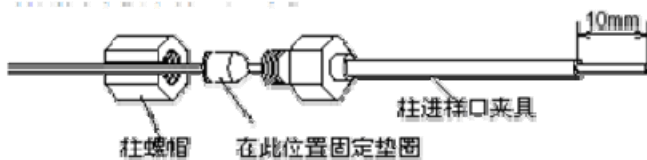
Fp：用于测量FPD 检测器端石墨压环的位置。

安装石墨压环：

- (1) 抽出石墨压环的环芯，将色谱柱穿过压环



- (2) 再将色谱柱穿过压环安装夹具，并在管口伸出约10mm 的长度，将柱螺母拧紧，使石墨环紧紧的卡在色谱柱上。（柱螺母应先用手拧紧，然后再用扳手拧3/4 圈）

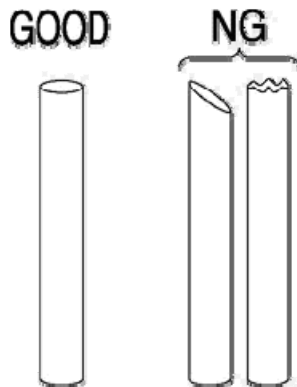


- (3) 在色谱柱穿过石墨压环孔心时，柱口可能进入一些石墨粉，需要将压环安装夹具中伸出的毛细柱用毛细柱切割刀截去。

- (a) 压环安装夹具的管口应与截去后的色谱柱端口平齐。



- (b) 毛细管色谱柱的切口应平滑，不能粗糙不平。



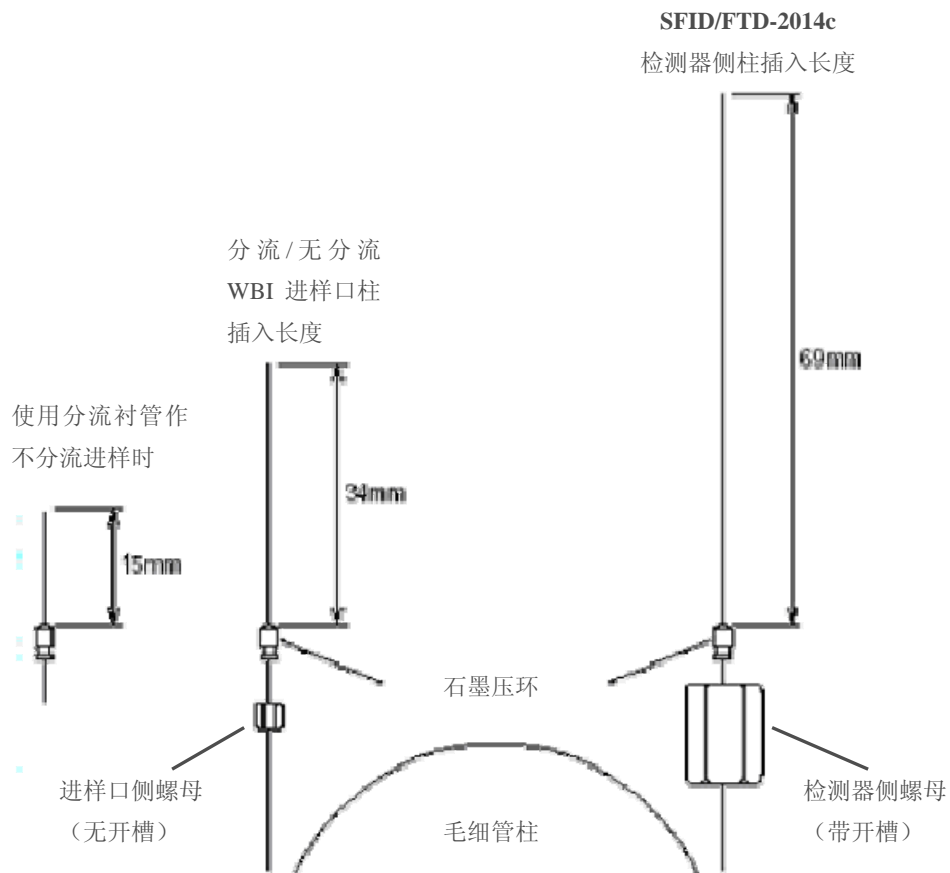
- (c) 用镊子取下多余的石墨此时要小心切勿损坏毛细管柱



注：必须除去残留在调节器上的石墨如果残留下来石墨可能堵塞毛细管适配器

石墨压环的位置

沿压环安装管的管口切去预留的一小段毛细柱后，即可卸去压环安装夹具。石墨压环位置如下图



DFID/FTD-2014	检测器侧柱插入长度为	99 mm
FPD-2014	检测器侧柱插入长度为	120 mm
ECD-2014	检测器侧柱插入长度为	75 mm

石墨压环种类

1. 内径 0.5mm (221-32126-05) 对应于 $\Phi 0.32$ 及 $\Phi 0.25$ 的毛细柱
2. 内径 0.8mm (221-32126-08) 对应于 $\Phi 0.53$ 的宽口径毛细柱

常见问题

1. Room temperature is out of range 房间温度超出范围
当仪器放置地温度在 5~40℃时仪器会报警并拒绝正常工作。使用空调或加热器等使仪器附近温度在 5~40℃以内，然后重新开机，即可正常工作。
2. System is not ready 系统未准备就绪（状态灯在橙色时按下了 [STRAT]）
仪器在不分流方式手动进样时，请在功能 5 中载气压力检查设为 No（详见第 14 页）
3. DET#n set temp is low 检测器温度太低
当使用的检测器温度低于柱的初始温度时出现此报警，提高检测器温度后将不再出现。
另注：当柱温程序升温最终温度设定超过检测器的温度时，柱箱温度升至检测器设定温度并不再上升。
4. DET#n ignition failed 检测器点火失败
当以下情况时可能出现点火失败
 - a. 色谱柱未安装
 - b. 空气或氢气不良
 - c. 点火线圈坏
 - d. FID 喷头堵塞
 - e. FID 检测器未打开
5. Ignition finished(retried)
仪器点火超过 1 次才点着（可能开始进入仪器的氢气不纯造成）
6. DET#n flame is out 检测器熄火
通常出现以下情况时可能产生此故障
 - a. 空气或氢气气源不良（气体不纯、气压不足、或气源被关闭等）
 - b. FID 喷头堵塞（进样后可能熄火）

仪器出现报警后，状态灯可能会变红色，此时屏幕上出现错误内容在这个错误的下测有两个选项

[Reset] （重置）选择这个选项时功能恢复，需排除故障后使用

[Ignore] （忽略）选择这个选项时忽略这个错误

两个选项选择后，错误报警窗口会消失，但当错误再次被检测出时报警窗口也会再次出现。



ISO 9001:2008 U006611Q0476R1M

分析仪器的售后技术服务管理体系

通过了ISO9001:2008标准认证

岛津企业管理(中国)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京分公司

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14F
电话: (010)8525-2324/2373/2374

上海分公司

上海市淮海西路570号红坊E楼
电话: (021)2201-3601/3602/3603

沈阳分公司

沈阳市和平区南京北街161号嘉润·东方香榭里大厦C座14层
电话: (024)2383-2209

四川分公司

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼B座12层
电话: (028)8619-8421/8422/8423

武汉分公司

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦I座41层4116室
电话: (027)8555-7910

重庆分公司

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702室
电话: (023)6380-6057

深圳分公司

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号
电话: (0755)8330-5967

用户服务热线电话: 800-810-0439

400-650-0439 (手机用户)

广州分公司

广州市流花路109号之9达宝广场703-706室
电话: (020)8710-8631

西安分公司

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
电话: (029)8838-6127

乌鲁木齐分公司

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
电话: (0991)230-6272

昆明分公司

昆明市青年路432号天恒大酒店908室
电话: (0871)315-2987

南京分公司

南京市中山南路49号商茂世纪广场23层A1座
电话: (025)8689-2490

河南分公司

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
电话: (0371)8663-2981/2983